

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-098092
(43)Date of publication of application : 10.04.2001

(51)Int.Cl. C08J 7/00
B05D 1/04
B29C 71/00
C08J 5/04
C08K 7/02
C08L101/00
// B29K105:06

(21)Application number : 2000-013551 (71)Applicant : OSAKA GAS CO LTD
(22)Date of filing : 21.01.2000 (72)Inventor : KAKEGAWA HIROYA

(30)Priority
Priority number : 11208491 Priority date : 23.07.1999 Priority country : JP

(54) RESIN MOLDING TO BE ELECTROSTATICALLY COATED AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To produce, at a low cost without detriment to the characteristics such as strengths, a resin molding which can be electrostatically coated directly without the necessity for a pretreatment with a conductive primer.

SOLUTION: This resin molding to be electrostatically coated, i.e., a resin molding to which electrostatic coating is applied, comprises a matrix (comprising a molded resin material) and a conductive filler dispersed therein and has been subjected to a voltage application treatment. Here, the content of the conductive filler in the matrix is, for example, lower than 20 wt%, or is 1.0 wt% or higher but not higher than 16 wt%. On the other hand, the voltage applied is, for example, 20 kV or higher but lower than the dielectric breakdown voltage of the resin material.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C) 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-98092

(P2001-98092A)

(43)公開日 平成13年4月10日 (2001.4.10)

(51)Int.Cl.⁷
C 0 8 J 7/00
B 0 5 D 1/04
B 2 9 C 71/00
C 0 8 J 5/04
C 0 8 K 7/02

識別記号
3 0 3

F I
C 0 8 J 7/00
B 0 5 D 1/04
B 2 9 C 71/00
C 0 8 J 5/04
C 0 8 K 7/02

テマコト⁷(参考)
3 0 3 4 D 0 7 5
J 4 F 0 7 2
4 F 0 7 3
4 F 2 0 1
4 J 0 0 2

審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 19 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2000-13551(P2000-13551)
(22)出願日 平成12年1月21日(2000.1.21)
(31)優先権主張番号 特願平11-208491
(32)優先日 平成11年7月23日(1999.7.23)
(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000000284
大阪瓦斯株式会社
大阪府大阪市中央区平野町四丁目1番2号
(72)発明者 掛川 宏弥
大阪府大阪市中央区平野町四丁目1番2号
大阪瓦斯株式会社内
(74)代理人 100099841
弁理士 市川 恒彦

最終頁に続く

(54)【発明の名称】被静電塗装用樹脂成形体およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】導電性プライマーによる前処理を経ずに直接に静電塗装可能な樹脂成形体を、強度等の特性を損なうことなく、しかも安価に実現する。

【解決手段】被静電塗装用樹脂成形体は、静電塗装が適用される樹脂成形体であり、成形された樹脂材料からなるマトリックスと、当該マトリックス内に分散された導電性フィラーとを含み、電圧の印加処理が施されている。ここで、マトリックス中における導電性フィラーの含有量は、例えば、20重量%未満、或いは1.0重量%以上16重量%以下である。一方、印加される電圧は、例えば20kV以上樹脂材料の絶縁破壊電圧未満である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】静電塗装が適用される樹脂成形体であつて、成形された樹脂材料からなるマトリックスと、前記マトリックス内に分散された導電性フィラーとを含み、電圧の印加処理が施されている、被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項2】前記マトリックス中における前記導電性フィラーの含有量が20重量%未満である、請求項1に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項3】前記マトリックス中における前記導電性フィラーの含有量が1.0重量%以上16重量%以下である、請求項1に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項4】前記導電性フィラーは、フィラー群電気抵抗値が $10^1 \Omega \text{ cm}$ 以下 $10^{-1} \Omega \text{ cm}$ 以上のものである、請求項1、2または3に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項5】前記導電性フィラーが纖維状のものである、請求項1、2、3または4に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項6】前記導電性フィラーの平均纖維径が $0.02 \mu\text{m}$ 以上 $15 \mu\text{m}$ 以下である、請求項5に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項7】前記マトリックス中における前記導電性フィラーの平均残存アスペクト比が10以上100,000以下である、請求項5または6に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項8】前記電圧が1,000V以上前記樹脂材料の絶縁破壊電圧未満である、請求項1、2、3、4、5、6または7に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項9】前記電圧が20kV以上前記樹脂材料の絶縁破壊電圧未満である、請求項1、2、3、4、5、6または7に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項10】表面抵抗が $10^1 \Omega / \square$ 以上 $10^{12} \Omega / \square$ 以下である、請求項1、2、3、4、5、6、7、8または9に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項11】静電塗装が適用される樹脂成形体であつて、成形された樹脂材料からなるマトリックスと、

前記マトリックス中に分散された導電性フィラーとを含み、

前記樹脂材料の軟化点に加熱処理して室温まで冷却した後の表面抵抗が加熱処理する前の表面抵抗の100倍以上である、被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項12】前記加熱処理の後に、さらに電圧の印加処理を施した場合の表面抵抗が、前記印加処理を施す前の表面抵抗の1/100以下である、請求項11に記載の被静電塗装用樹脂成形体。

【請求項13】静電塗装が適用される樹脂成形体の製造

10

20

30

40

50

方法であつて、

樹脂材料と導電性フィラーとを混合して成形材料を調製する工程と、

前記成形材料を所望の形状に成形する工程と、成形された前記成形材料に対して電圧を印加する工程と、を含む被静電塗装用樹脂成形体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、樹脂成形体、特に、静電塗装が適用される被静電塗装用樹脂成形体に関する。

【0002】

【従来の技術とその課題】自動車のバンパーは、金属製のものから軽量性や耐衝撃性等に優れたエラストマー変性ポリプロピレン樹脂やポリアミド樹脂などの樹脂材料を用いた樹脂成形品のものへの転換が進められており、また、そのような樹脂製バンパーは、鋼鉄製の車体と一緒に持たせた意匠性を付与するために、車体と同様に静電塗装される場合が多い。

【0003】ところで、樹脂製バンパーに対して静電塗装を施す場合、樹脂製バンパーそのものは静電塗装に適した導電性、特に表面抵抗を持たないことから、静電塗装に先立って、被静電塗装面である表面部分に導電性を付与するための前処理が施される。このような前処理としては、例えば特開平10-309513号公報に記載されている通り、熱可塑性ポリオレフィン樹脂系、熱可塑性ポリウレタン樹脂/尿素樹脂系、熱硬化性オイルフリーポリエステル樹脂/メラミン樹脂/エポキシ樹脂系などの導電性プライマーを樹脂製バンパーに塗布する方法が採用されている。しかし、このような導電性プライマーによる前処理は、煩雑であり、また、静電塗装品の価格を高める原因にもなり得る。

【0004】また、特開平7-268124号公報および特開平8-253606号公報には、樹脂材料に対して特定の窒素含有化合物を予め添加しておき、その樹脂材料からなる成形体に対してコロナ放電処理を施すことにより、静電塗装に適した表面抵抗を示す樹脂成形体を製造する方法が記載されている。しかし、この方法により得られる静電塗装用の樹脂成形体は、樹脂材料中に含まれる窒素含有化合物により、樹脂材料から期待できる本来的な強度や弾性等の各種特性が損なわれるおそれがある。

【0005】本発明の目的は、導電性プライマーによる前処理を経ずに直接に静電塗装可能な樹脂成形体を、強度等の特性を損なうことなく、しかも安価に実現することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、静電塗装が適用される樹脂成形体であつて、成形された樹脂材料からなるマトリックスと、当該

マトリックス内に分散された導電性フィラーとを含み、電圧の印加処理が施されている。

【0007】ここで、マトリックス中における導電性フィラーの含有量は、例えば20重量%未満である。或いは、マトリックス中における導電性フィラーの含有量は、例えば1.0重量%以上16重量%以下である。導電性フィラーは、例えば、フィラー群電気抵抗値が $10^{-1}\Omega\text{ cm}$ 以下 $10^{-2}\Omega\text{ cm}$ 以上のものである。

【0008】また、導電性フィラーは、例えば纖維状のものである。この場合、導電性フィラーの平均纖維径は、例えば $0.002\mu\text{m}$ 以上 $15\mu\text{m}$ 以下である。さらに、マトリックス中における導電性フィラーの平均残存アスペクト比は、例えば10以上100,000以下である。

【0009】一方、印加される電圧は、例えば1,000V以上樹脂材料の絶縁破壊電圧未満である。或いは、例えば20kV以上樹脂材料の絶縁破壊電圧未満である。

【0010】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、例えば、表面抵抗が $10^4\Omega/\square$ 以上 $10^{12}\Omega/\square$ 以下である。

【0011】本発明の他の見地に係る被静電塗装用樹脂成形体は、同様に静電塗装が適用される樹脂成形体であって、成形された樹脂材料からなるマトリックスと、当該マトリックス中に分散された導電性フィラーとを含み、樹脂材料の軟化点に加熱処理して室温まで冷却した後の表面抵抗が加熱処理する前の表面抵抗の100倍以上である。この被静電塗装用樹脂成形体は、加熱処理の後に、さらに電圧の印加処理を施した場合の表面抵抗が、電圧の印加処理を施す前の表面抵抗の1/100以下である。

【0012】本発明の製造方法は、静電塗装が適用される樹脂成形体の製造方法であり、樹脂材料と導電性フィラーラーとを混合して成形材料を調製する工程と、成形材料を所望の形状に成形する工程と、成形された成形材料に対して電圧を印加する工程とを含んでいる。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、マトリックスと、当該マトリックス中に分散された導電性フィラーとを含んでいる。マトリックスは、樹脂材料からなるものであって、例えば自動車のバンバーやエアロパーツなどの、静電塗装されるための各種の所望の形状に成形されたものである。ここで用いられる樹脂材料は、特に限定されるものではなく、公知の熱可塑性樹脂や熱硬化性樹脂である。

【0014】ここで、熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂、ポリスチレン樹脂、ポリアクリルスチレン樹脂およびポリウレタン樹脂などの汎用プラスチック、アクリル-ブタジエン-スチレン樹脂(A B S), ポリフェニルエーテル樹脂、ボ

リアセタール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリエチレンテレフタレート樹脂、ナイロン6およびナイロン6,6などのエンジニアリングプラスチック、並びにポリエーテルエーテルケトン樹脂、ポリアミド樹脂、ポリイミド樹脂、ポリスルホン樹脂、4-フッ化エチレン-エチレン共重合体樹脂、ポリフッ化ビニリデン樹脂、4-フッ化エチレン-バーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体樹脂、ポリエーテルイミド樹脂、ポリエーテルサルファン樹脂、ポリフェニレンサルファイト樹脂、変性ポリフェニレンオキサイド樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂、エラストマー変性ポリプロピレン樹脂(E M P P)、スーパーオレフィンポリマー(S O P)および液晶ポリマーなどの超エンジニアリングプラスチックなどを挙げることができる。また、熱硬化性樹脂としては、例えば、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリイミド樹脂および不飽和ポリエステル樹脂などを挙げることができる。

【0015】因みに、本発明の被静電塗装用樹脂成形体が自動車のバンバーやエアロパーツである場合は、上述の樹脂材料として、それらにおいて通常用いられる樹脂材料、例えば、ポリウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、E M P PおよびS O Pを用いるのが好ましい。

【0016】一方、本発明で用いられる導電性フィラーは、樹脂材料に対して導電性を付与するために通常用いられるものであり、金属材料、炭素材料、金属材料がコートされた有機材料、金属材料がコートされた無機材料、炭素がコートされた無機材料または黒鉛がコートされた無機材料、若しくはこれらの群から任意に選択された2種以上のものの混合物である。

【0017】ここで、金属材料としては、銀、銅、ニッケル、鉄、アルミニウム、ステンレスおよび酸化錫などを例示することができる。炭素材料としては、ポリアクリロニトリル樹脂、ピッチ、フェノール樹脂、レーヨンおよびリグニンなどの炭素前駆体を焼成して得られる炭素、カーボンブラック、アセチレンブラック、ケッテンブラック並びに黒鉛を例示することができる。金属材料がコートされた有機材料としては、ニッケルコートされた樹脂を例示することができる。金属材料がコートされた無機材料としては、ニッケルコートマイカ、銀コートガラス、アルミコートガラス、ニッケルメッキガラスおよびニッケルメッキ炭素などを例示することができる。炭素がコートされた無機材料としては、炭素がコートされたチタン酸カリウムを例示することができる。黒鉛がコートされた無機材料としては、黒鉛がコートされたチタン酸カリウムを例示することができる。

【0018】また、上述の導電性フィラーは、粒状、フレーク状、ウイスカー状および纖維状などの各種のもの、またはこれらの任意の混合物であり、形状が特に限定されるものではない。例えば、粒状のものとしては、金属材料からなるものとして銀粉、銅粉、ニッケル粉、

鉄粉、酸化錫粉を、また、金属材料がコートされた無機材料として銀コートガラスビーズを、さらに、炭素材料からなるものとしてカーボンブラック、アセチレンブラック、ケッテンブラックを挙げることができる。また、フレーク状のものとして、アルミフレークやニッケルコートマイカを挙げができる。さらに、ウイスカー状のものとしては、炭素がコートされた無機材料として炭素がコートされたチタン酸カリウムウイスカーを、また、炭素材料からなるものとして黒鉛ウイスカーを挙げができる。さらに、繊維状のものとしては、金属材料からなるものとしてアルミニウム、銅およびステンレスなどの長繊維や短繊維を、また、金属材料がコートされた無機材料からなるものとしてアルミコートガラス繊維やニッケルメッキガラス繊維を、さらに、金属材料がコートされた有機材料からなるものとしてニッケルコートされた樹脂繊維を、さらに、炭素材料からなるものとしてポリアクリロニトリル系炭素繊維、等方性ピッチ系炭素繊維、異方性ピッチ系炭素繊維、フェノール樹脂系炭素繊維、レーヨン系炭素繊維およびリグニン系炭素繊維等の炭素繊維並びに黒鉛繊維をそれぞれ例示することができる。

【0019】なお、本発明の被静電塗装用樹脂成形体に含まれる導電性フィラーの具体的な態様の一つは、例えば、炭素材料、特に、被静電塗装用樹脂成形体の強度を高めることができる炭素繊維および黒鉛繊維のうちの少なくとも一つである。

【0020】また、導電性フィラーとしては、上述の導電性フィラーに代え、或いは上述の導電性フィラーと共に、より安価な他の導電性フィラーが用いられてもよい。ここで利用可能なり安価な導電性フィラーとしては、例えば、本願出願人が先に出願した特願平11-17697号に記載のものを挙げができる。この導電性フィラーは、バインダーが含浸された天然繊維からなる繊維群を圧縮して成形体を得るための工程と、当該成形体を加熱して炭化するための工程とを含む製造工程を経て得られるものであり、より具体的には次の製造工程を経て得られるものである。

【0021】まず、バインダーが含浸された天然繊維からなる繊維群を圧縮して成形体を得る。ここで用いられる天然繊維は、例えば、綿、パルプ、絹、麻等である。このうち、安価な綿が特に好ましい。

【0022】ここで用いられる天然繊維の平均アスペクト比（平均繊維長／平均繊維径）は、少なくとも5、例えば、5～2,000に設定されているのが好ましく、10～1,800に設定されているのがより好ましく、20～1,500に設定されているのがさらに好ましい。平均アスペクト比が5未満の場合は、導電性の付与効果が低下するおそれがある。逆に、2,000を超える場合は、樹脂材料に対する定量供給が困難になるおそれがある。なお、平均アスペクト比は、一般に、樹脂材

料に対する定量供給が可能な限り大きい方が、樹脂材料との複合後の残存アスペクト比を大きくでき、その結果樹脂材料に対して導電性を付し易くなるため好ましい。因みに、この平均アスペクト比の基準になる平均繊維径は、光学顕微鏡または走査型電子顕微鏡（SEM）により求めることができる。

【0023】上述の天然繊維に含浸されるバインダーは、天然繊維同士を接着して一体化させることができるものであれば特に限定されるものではないが、通常は加熱処理後に炭素を残す高分子材料系の炭素前駆体、特に、不活性ガス中において600℃で加熱した後の炭化収率が1～80重量%のもの、好ましくは5～60重量%のもの、より好ましくは10～50重量%のものである。この炭化収率が1重量%未満の場合は、後述する炭化工程において、加熱処理後の成形体が脆くなり、崩れやすくなる。この結果、この導電性フィラーと樹脂材料とを混合する際、特にフィーダーを用いてこの導電性フィラーを樹脂材料に対して供給する際に、導電性フィラーが崩れやすくなり、導電性フィラーを高分子材料に対して安定に定量供給するのが困難になる。

【0024】ここで用いられる上述の炭素前駆体は、上述のような炭化収率を有するものであれば特に限定されるものではなく、公知の各種のものである。具体的には、例えば、ポリビニルアルコール、リグニン、フェノール樹脂、フラン樹脂、ウレタン樹脂、メラミン樹脂、カルボキシメチルセルロース、ポリフェニレンオキサイド、ポリエーテルサルホン、コールタール、ピッチ、ポリスルフォン等を用いることができる。これらのうち、フェノール樹脂、フラン樹脂、ウレタン樹脂およびメラミン樹脂のうちの少なくとも1つの熱硬化性樹脂が好ましい。なお、これらの炭素前駆体は、必要に応じて2種以上のものが混合して用いられてもよい。

【0025】上述の天然繊維に対して上述のバインダーを含浸する場合は、先ず、バインダーを含む溶液（バインダー溶液）を調製し、この溶液を天然繊維に対して含浸させる。ここで用いられるバインダー溶液は、通常、上述のバインダーを有機溶媒に溶解したもの（有機溶媒溶液）、または上述のバインダーのエマルジョンである。有機溶媒を用いる場合、利用するバインダーを溶解することができるものであればその種類は特に限定されるものではないが、一般にはアルコール類、ケトン類、ハロゲン化炭素類などを用いることができる。

【0026】バインダー溶液を天然繊維に対して含浸するための方法としては、各種の方法、例えば、バインダー溶液中に天然繊維を浸漬する方法や、天然繊維に対してバインダー溶液を吹き付ける方法などを採用することができる。

【0027】なお、バインダー溶液は、有機溶媒溶液およびエマルジョンのいずれの場合も、天然繊維に対して付与されるバインダー量が乾燥後の固形分換算で0.1

～5重量%になるよう天然纖維に対して含浸されるのが好ましい。天然纖維に対して付与されるバインダー量が0.1重量%未満の場合は、天然纖維同士の接着性が低下し、天然纖維による成形体を製造しにくくなるおそれがある。また、後述する工程により得られる加熱処理後（炭化処理後）の成形体（すなわち、導電性フィラー）の高密度が低下するおそれがある。逆に、5重量%を超える場合は、加熱処理後（炭化処理後）の成形体、すなわち導電性フィラーと樹脂材料との混合時に、導電性フィラーが崩れにくくなり、結果的に導電性フィラーが樹脂材料中に纖維状態で均一に分散しにくくなるおそれがある。なお、天然纖維に対して付与される上述のバインダー溶液量のより好ましい範囲は0.5～3重量%である。

【0028】次に、上述のようにしてバインダーが含浸された天然纖維の多数本からなる群、すなわち纖維群を圧縮成形する。圧縮成形により達成する形状は特に限定されるものではないが、通常は板状、棒状およびベレット状などである。このような成形体の高密度は、通常、少なくとも0.1g/ccに設定するのが好ましく、少なくとも0.4g/ccに設定するのがより好ましい。

【0029】圧縮成形時の設定圧力は、通常、10～1,000kg/cm²に設定するのが好ましく、50～500kg/cm²に設定するのがより好ましい。また、この圧縮成形工程は、纖維群の成形性を高めるために、纖維群を加温しながら実施することができる。その場合の設定温度は、通常、50～200°Cに設定するのが好ましく、100～180°Cに設定するのがより好ましい。

【0030】次に、得られた成形体を加熱して炭化する。ここでは、通常、成形体を窒素等の不活性ガス雰囲気中において加熱処理し、成形体を炭化させる。なお、加熱処理工程に先立って、成形体は、予め樹脂材料に対してフィードし易い形状（例えばベレット状）に適宜切断等されていてもよい。この加熱工程では、成形体を構成する天然纖維およびバインダーが炭化され、成形体は、炭化された天然纖維が炭化されたバインダーによって緩やかに相互に結合した導電性フィラーになる。

【0031】上述のような成形体の加熱処理時に設定すべき加熱温度は、成形体、すなわち天然纖維およびバインダーの両方が炭化し得る温度範囲であり、通常、600～2,800°Cの範囲である。この場合の昇温速度は、一般に、成形体の熱重量分析結果における重量変化の大きい温度領域を比較的低速に設定し、重量変化の小さい温度領域を比較的高速に設定するのが好ましい。

【0032】加熱処理後に得られるこの導電性フィラーは、成形体の加熱処理時の最高温度の高低によってフィラーフィラー群電気抵抗値が変化し得る。すなわち、成形体を低温で加熱処理して得られた当該導電性フィラーはフィラーフィラー群電気抵抗値が大きく、成形体を高温で加熱処理して

得られた当該導電性フィラーはフィラーフィラー群電気抵抗値が小さくなる。このため、成形体の加熱処理時の温度設定を適宜調整することにより、当該導電性フィラーによる樹脂材料に対する導電性の付与効果を調整することができる。例えば、加熱処理時の温度が高温に設定された場合は当該導電性フィラーのフィラーフィラー群電気抵抗値が小さくなるため、その導電性フィラーは、樹脂材料に対する添加量を変化させると、当該樹脂材料の導電性を変化させ易くなる。逆に、加熱処理時の温度が低温に設定された場合は当該導電性フィラーのフィラーフィラー群電気抵抗値が大きくなるため、その導電性フィラーは、樹脂材料に対する添加量に比例して、樹脂材料の導電性を緩やかに変化させることができる。

【0033】なお、上述のフィラーフィラー群電気抵抗値の意義は、後述の通りである。

【0034】加熱処理前の成形体が樹脂材料に対してフィードし易い形状に予め切断等されていない場合、加熱後の成形体は、樹脂材料に対してフィードし易い形状に適宜切断等されてもよい。

【0035】本発明で用いられる上述の各種の導電性フィラーのうち好ましいものは、より少ない使用量で所要の導電性、特に、小さい表面抵抗を被静電塗装用樹脂成形体に実現することができることから、フィラーフィラー群電気抵抗値が10³Ωcm以下10⁻²Ωcm以上のもの、より好ましくは10⁴Ωcm以下10⁻²Ωcm以上のものである。ここで、フィラーフィラー群電気抵抗値とは、被静電塗装用樹脂成形体に含まれる導電性フィラーの個々の片の電気抵抗値ではなく、導電性フィラーの群（集合体）としての電気抵抗値であり、次のようにして求められるものという。先ず、中心部に直径0.8cmの貫通孔を有する電気絶縁体を用意し、その貫通孔の一端を銅製の電極で封止する。そして、貫通孔内に0.5gの導電性フィラーフィラー群を充填し、貫通孔の他端から銅製の押し棒を挿入して20kgf/cm²の圧力を加えて導電性フィラーフィラー群を高さxcmの円柱状に成形する。この状態で電極と押し棒との間に測定器を接続し、貫通孔内で圧縮された導電性フィラーフィラー群の電気抵抗値を測定する。フィラーフィラー群電気抵抗値は、測定された電気抵抗値に導電性フィラーフィラー群の成形体の端面の面積（すなわち、0.4²πcm²）を掛け、その値を高さxcmで割ると体積抵抗値（Ωcm）として求めることができる。なお、導電性フィラーフィラー群の電気抵抗値を測定する際に用いられる測定器は、プランク時の電気抵抗値、すなわち、電極と押し棒とを直接に接触させた場合の電気抵抗値をキャンセルできるものが好ましく、例えば、アドバンテスト株式会社のデジタルマルチメーター“R6552”を擧げることができる。以下、フィラーフィラー群電気抵抗値と言う場合は、このようにして求めた導電性フィラーの集合体の体積抵抗値を言うものとする。

【0036】また、導電性フィラーとして好ましいもの

は、繊維状のもの、特に、平均繊維径が $0.002\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $15\text{ }\mu\text{m}$ 以下の極細繊維状のものである。このような繊維状の導電性フィラーを用いた場合は、より少ない使用量で所要の導電性、特に、小さい表面抵抗を被静電塗装用樹脂成形体に実現することができ、しかも、必要な場合は、後述する隠蔽材を用いることにより、当該導電性フィラーによる色彩が被静電塗装用樹脂成形体に反映されるのを抑制し易くなる。なお、平均繊維径が $0.002\text{ }\mu\text{m}$ 以上 $2\text{ }\mu\text{m}$ 以下の超極細繊維状の導電性フィラーを用いた場合は、後述する隠蔽材を用いることにより、当該導電性フィラーによる色彩が被静電塗装用樹脂成形体に反映されるのをより効果的に抑制し易くなる。

【0037】なお、平均繊維径が $0.002\text{ }\mu\text{m}$ 程度の超極細繊維状の導電性フィラーとしては、例えば炭素繊維の一種であるハイペリオン（ハイペリオン社の商品名）を挙げることができる。

【0038】導電性フィラーとして、上述のような繊維状のものが用いられている場合、本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、マトリックス中における当該導電性フィラーの平均残存アスペクト比が 10 以上 $100,000$ 以下になるよう製造されているのが好ましく、 15 以上 $10,000$ 以下になるよう製造されているのがより好ましい。この平均残存アスペクト比が樹脂材料の成形過程において 10 未満になった場合は、導電性フィラーの添加量を増やさないと所望の導電性、特に、小さな表面抵抗を達成できないおそれがある。逆に、導電性フィラーの平均残存アスペクト比が $100,000$ を超える被静電塗装用樹脂成形体は、一般に製造が困難である。なお、ここでいう残存アスペクト比は、上述の樹脂材料に対して混合する前の導電性フィラーのアスペクト比ではなく、樹脂材料に対して混合されかつ樹脂材料が所定の形状に成形された後の導電性フィラーのアスペクト比

（繊維長／繊維径）を意味している。因みに、この残存アスペクト比は、例えば、被静電塗装用樹脂成形体を構成する樹脂材料を熱分解させるか又は溶媒に溶解することにより、被静電塗装用樹脂成形体から導電性フィラーを分離し、通常はそのうちの数百本の平均長さおよび平均径を光学顕微鏡または走査型電子顕微鏡で測定すると、それらの値に基づいて求めることができる。

【0039】また、本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、必要に応じ、導電性フィラーと共に樹脂材料中に分散された、導電性フィラーの色彩を隠蔽するための隠蔽材をさらに含んでいてもよい。ここで用いられる隠蔽材は、導電性フィラーの色彩に起因して被静電塗装用樹脂成形体に対して付与される色彩（例えば、導電性フィラーとして炭素材料を用いた場合、被静電塗装用樹脂成形体は自ずと黒色を呈することになる）が静電塗装による塗膜の色彩に悪影響を与えるのを抑制し、被静電塗装用樹脂成形体に対して当該塗膜による鮮やかな色彩を付与するためのものである。なお、隠蔽材としては、通常、

非導電性で白色の粒状のもの、例えば、酸化チタン、マイカ、タルク、炭酸カルシウムを用いるのが好ましい。

【0040】さらに、本発明の被静電塗装用樹脂成形体においては、樹脂材料中に、上述の導電性フィラーおよび隠蔽材以外の導電性を示さない各種の添加材、例えば、有機顔料や無機顔料等の着色材、セリサイトやガラスフレーク等の充填材が含まれていてもよい。

【0041】本発明の被静電塗装用樹脂成形体を構成する上述の樹脂材料中において、上述の導電性フィラーの含有量は、通常、 20 重量%未満、好ましくは 0.01 重量%以上 20 重量%未満、より好ましくは 0.1 重量%以上 18 重量%以下、さらに好ましくは 1.0 重量%以上 16 重量%以下になるよう設定されている。この含有量が 20 重量%以上の場合は、被静電塗装用樹脂成形体がコスト高となるばかりか、被静電塗装用樹脂成形体から導電性フィラーが脱落し易くなり、静電塗装による塗膜の平滑性を損なうおそれがある。また、被静電塗装用樹脂成形体の色彩が導電性フィラーの色彩に強く影響され、上述の隠蔽材を用いた場合であっても、静電塗装による塗膜の厚さを必要以上に大きく設定しない限り、被静電塗装用樹脂成形体を静電塗装により所望の色彩に設定するのが困難になる。さらに、導電性フィラーが粒状の場合は、被静電塗装用樹脂成形体の機械的強度が低下するおそれがある。一方、導電性フィラーが繊維状の場合は、被静電塗装用樹脂成形体に反りが生じ易くなり、また、被静電塗装用樹脂成形体の表面粗度が高まり、表面平滑性が損なわれるおそれがある。

【0042】また、樹脂材料中における隠蔽材の含有量は、特に限定されるものではなく、導電性フィラーの色彩を効果的に隠蔽できる範囲で適宜任意に設定することができるが、通常は、樹脂材料により達成される被静電塗装用樹脂成形体の各種特性（例えば、機械的強度、耐熱性、可撓性等）が阻害されない程度に設定するのが好ましい。具体的には、樹脂材料重量の 0.1 重量%以上 10 重量%以下になるよう設定するのが好ましく、 0.2 重量%以上 5.0 重量%以下になるよう設定するのがより好ましい。

【0043】因みに、隠蔽材として用いられる酸化チタンは、光酸化触媒として機能し得るので、それを多量に含む被静電塗装用樹脂成形体は、光の照射下で酸化劣化し易くなる。したがって、酸化チタンを隠蔽材として用いる場合、その含有量は可能な限り少量に、具体的には樹脂材料重量の 0.1 ～ 2.0 重量%程度に留めるのが好ましい。

【0044】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、電圧の印加処理が施されている。この印加処理は、導電性フィラーおよび必要に応じて隠蔽材を含みかつ成形された、上述の樹脂材料に対する処理である。

【0045】この処理で印加される電圧は、通常、 $1,000\text{ V}$ 以上（好ましくは 20 kV 以上）でありかつマ

トリックスを構成する樹脂材料の絶縁破壊電圧未満、好ましくは20kV以上50kV以下に設定する。印加電圧が1,000V未満の場合は、本発明の被静電塗装用樹脂成形体の導電性が導電性フィラーの含有割合に応じた程度の導電性以上に高まらない場合がある。但し、印加電圧が20kV未満の場合は、導電性を高めることができる場合があるとしても、その再現性の点において問題がある。逆に、印加電圧が樹脂材料の絶縁破壊電圧以上の場合は、マトリックスが損壊してしまうおそれがある。

【0046】なお、上述の絶縁破壊電圧は、各樹脂材料に固有の値であって各種の便覧などの文献に記載されており、そのような記載内容を参考にすることができる。因みに、各種文献に示されている絶縁破壊電圧は、単位が通常MV/mで示されており、樹脂材料を用いて形成した厚さ1mの成形体についての値であるため、本発明では、マトリックスの厚さに応じた絶縁破壊電圧値を適宜計算するのが好ましい。

【0047】また、この処理に要する時間は特に限定されるものではないが、通常は、1~600秒程度、好ましくは5~60秒程度である。600秒を超えて電圧を印加しても、被静電塗装用樹脂成形体の導電性は一定以上に高まらず、却って不経済である。

【0048】次に、本発明の被静電塗装用樹脂成形体の製造方法について説明する。先ず、上述の樹脂材料、導電性フィラーおよび必要に応じて隠蔽材を混合し、成形材料を調製する。ここで、導電性フィラーの混合量は、成形材料中における割合が20重量%未満、好ましくは0.01重量%以上20重量%未満、より好ましくは0.1重量%以上18重量%以下、さらに好ましくは1.0重量%以上16重量%以下になるよう設定する。また、隠蔽材を用いる場合、その混合量は、成形材料中における割合が0.1重量%以上10重量%以下、好ましくは0.2重量%以上5.0重量%以下になるよう設定する。

【0049】樹脂材料と導電性フィラーとの混合方法は、前者に対して後者を均一に分散できる方法であれば特に限定されるものではなく、例えば、樹脂材料に対し、公知の各種のフィーダー等を用いて導電性フィラーを供給して混練する方法を採用することができる。この際、樹脂材料は、導電性フィラーの分散性を高めるため、必要に応じて予め粘度調整されていてもよい。

【0050】なお、成形材料が隠蔽材を含む場合、これらは導電性フィラーと同時に、上述の方法により樹脂材料に対して混合することができる。この場合、隠蔽材は、導電性フィラーと共に樹脂材料中に分散し、導電性フィラーの色彩を効果的に隠蔽することになる。

【0051】次に、得られた成形材料を所望の形状、例えば自動車のバンパーや各種のエアロバーツの形状に成形し、樹脂成形体を得る。ここでは、加圧成形法、射出

成形法、鋲込み成形法等の公知の各種の成形法を採用することができる。なお、成形材料が隠蔽材を含む場合は、それが導電性フィラーの色彩を効果的に隠蔽することになるので、樹脂成形体には導電性フィラーの色彩が反映されにくくなる。

【0052】次に、成形された成形材料、すなわち樹脂成形体に対し、電圧の印加処理を施す。ここでは、通常、樹脂成形体を接地した金属上に置き、その樹脂成形体の上方に電極を配置して、当該電極に上述の電圧値の交流電圧または直流電圧を印加する。因みに、交流電圧を印加する場合、その周波数は1MHz以下である場合に導電性の改善効果、特に、表面抵抗の低下効果が高まり易い。一方、直流電圧を印加する場合、電極に印加する電圧の極性は、正または負のいずれでもよいが、一般には正に設定する方が導電性の改善効果、特に、表面抵抗の低下効果が高まり易い。

【0053】なお、ここで利用可能な電極は、特に限定されるものではないが、例えば、多数の針状電極の集合体、複数の半球状の電極や複数の平板状電極が配列されたもの、或いは1枚の大型の平板状電極等である。因みに、樹脂成形体が自動車のバンパー形状のような複雑な立体形状の場合は、接地側の電極として当該樹脂成形体の形状に対応して形成されかつ当該樹脂成形体を密接して載置可能なものを用い、一方、電圧を印加するための電極として樹脂成形体の電圧印加処理面の表面形状に対応して形成されかつ樹脂成形体の当該印加処理面に対して非接触状態で相対移動しながら電圧を均一に印加可能なもの要用いるのが好ましい。

【0054】上述のような電圧の印加処理時において、電極と樹脂成形体との間隔は、電圧の印加環境、印加電圧値、樹脂成形体の大きさ、樹脂成形体を構成する樹脂材料の種類、樹脂成形体に含まれる導電性フィラーの種類や量などに応じて適宜設定するのが好ましい。例えば、空気中において30,000Vの電圧を印加する場合、当該間隔は、通常、20~100mm、好ましくは30~50mmの範囲に設定される。この間隔が20mm未満の場合は、過電流が流れ易くなるおそれがある。逆に、100mmを超えると、電圧の印加処理による効果が殆ど発現しなくなる可能性がある。

【0055】以上の工程を経て得られる本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、樹脂材料中に導電性フィラーが分散された他の樹脂成形体と比較した場合、そこに含まれる導電性フィラーラー量からは通常達成しにくい高い導電性、特に、小さな表面抵抗値を示す。すなわち、本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、導電性フィラーの含有量が例えば20重量%未満に抑制されているにも拘わらず、被静電塗装用樹脂成形体に対して一般に求められている $10^4 \Omega/\square$ 以上 $10^{11} \Omega/\square$ 以下の範囲の表面抵抗、若しくは $10^4 \Omega/\square$ 以上 $10^{11} \Omega/\square$ 以下の表面抵抗を示し得る。具体的には、例えばポリアクリロニト

リル系炭素短纖維を導電性フィラーとして用いる場合は、その導電性フィラーの含有量がそれよりも数重量%（通常は3～5重量%程度）多い樹脂成形体と同等の導電性または表面抵抗を示し得る。

【0056】導電性フィラーを含む樹脂成形体は、通常、導電性フィラー同士が接触し得る確率が高い程導電性が高まり、導電性フィラーの含有量が少ないとその確率が小さくなるため導電性を発現しにくくなるのであるが、それにも拘わらず本発明の被静電塗装用樹脂成形体が通常のものに比べて上述のような高い導電性を發揮する理由は、例えば、次のように考えることができる。樹脂材料中に導電性フィラーが分散された被静電塗装用樹脂成形体においては、導電性フィラーと、その間に存在するマトリックス（すなわち樹脂材料）とから構成される多数の、若しくは無数のコンデンサの集合体が内部に形成されているものと考えられる。本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、電圧の印加処理が施されているため、このようなコンデンサを構成する導電性フィラー間において樹脂材料の絶縁破壊が生じ、その結果、電流の通路が形成されて導電性が高まっているものと推察される。

【0057】このため、本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、高価な導電性フィラーの添加量を抑制しつつ、そのような導電性フィラーの添加量では通常達成できない高い導電性を発揮することができる。換言すると、この被静電塗装用樹脂成形体は、導電性フィラーの含有量から通常期待できる導電性よりも高い導電性を発揮することができる。したがって、この被静電塗装用樹脂成形体は、同等の導電性を発揮する他の樹脂成形体に比べて安価に提供することができる。特に、導電性フィラーとして本出願人が先に提案した安価なものを用いた場合、この被静電塗装用樹脂成形体は、さらに安価に提供することができる。また、この静電塗装用樹脂成形体は、導電性フィラーの添加量が抑制されているため、樹脂材料により得られる強度、耐熱性、可撓性等の各種特性が損なわれにくい。

【0058】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、このような特有の効果を発揮する結果、導電性フィラーを含むこれまでの樹脂成形体では達成しにくかった電気抵抗値（表面抵抗値）を実現することもできる。例えば、導電性フィラーとして炭素纖維を用いる場合、樹脂材料に対するその添加量を徐々に増加させて行くと、樹脂成形体は、添加量がある程度の量までは表面抵抗が $10^{14} \sim 10^{15} \Omega/\square$ 程度であって電気絶縁性を維持しているが、ある一定の添加量を超えると、添加量がごく僅かに変化しただけで導電性が極端に高まってしまい（すなわち、表面抵抗が極端に小さくなってしまい）、樹脂成形体の表面抵抗を静電塗装分野において一般に求められている $10^4 \sim 10^{12} \Omega/\square$ 程度の範囲に設定するのが極めて困難なことが知られている。本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、このような現象を発現する炭素纖維のよ

うな導電性フィラーを用いる場合であっても、その添加量と導電性との関係が緩やかに変化する範囲内でその添加量を設定するだけで、その添加量により通常達成できる導電性よりも高い導電性を実現することができるので、表面抵抗を $10^4 \sim 10^{12} \Omega/\square$ 程度の範囲、若しくは $10^2 \sim 10^{13} \Omega/\square$ の範囲に設定するのが比較的容易になる。

【0059】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、上述のような製造工程において所望の形状に成形され、自動車のバンパーカバー、バンパーのフェーシアおよび各種のエアロパーツなどとして利用することができる。この被静電塗装用樹脂成形体は、上述のような電圧の印加工程により導電性、特に表面抵抗が静電塗装に適した状態にコントロールされているため、従来の樹脂成形体に対して静電塗装を施す場合に必要であった導電性プライマーの塗布等の前処理工程を経なくても、そのまま直接に静電塗装を施すことができる。

【0060】また、本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、隠蔽材を含む場合、導電性フィラーの色彩が効果的に隠蔽されるため、静電塗装による塗膜の色彩、特に淡色系の色彩を損ない難い。因みに、被静電塗装用樹脂成形体は、仮に導電性フィラーによる色彩が強く反映されているような場合であっても、静電塗装により付与される塗膜の厚さを大きく設定すると、当該塗膜による色彩が付与され易いのであるが、この場合は、塗膜の厚さを必要以上に大きく設定する必要があるため、塗装コストが高まり、同時に塗装品の重量が増大することになる。これに対し、上述のような隠蔽材を用いれば、塗膜の厚さを必要以上に大きく設定する必要がなくなるので、塗装コストの増大および塗装品の重量増加を抑制するのに特に効果的である。

【0061】また、本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、リサイクルして再度同様の被静電塗装用樹脂成形体に再生することもできる。すなわち、この被静電塗装用樹脂成形体は、破碎後に再度所望の形状に成形し直し、さらに既述の条件による電圧の印加処理を施すと、表面抵抗が小さな同様の被静電塗装用樹脂成形体に再生され得る。因みに、被静電塗装用樹脂成形体が隠蔽材を含んでいる場合、再生後の被静電塗装用樹脂成形体は同様に導電性フィラーの色彩が効果的に隠蔽され得る。

【0062】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、外観形態等において他の被静電塗装用樹脂成形体と特に異なることが無いため、外観形態に基づいて他の被静電塗装用樹脂成形体から識別するのは困難であるが、例えば次のような方法で他の被静電塗装用樹脂成形体から判別することができる。

【0063】（方法1）予め表面抵抗が測定された樹脂成形体に対して熱重量分析を実施し、当該樹脂成形体に含まれる導電性フィラーの量と種類を分析する。そして、予め測定された樹脂成形体の表面抵抗が分析により

判明した導電性フィラー量（特に、20重量%未満）では通常達成できないレベルである場合（すなわち、通常達成できる表面抵抗よりも小さい場合）、当該樹脂成形体は、本発明の被静電塗装用樹脂成形体であると判定することができる。

【0064】樹脂成形体に対して熱重量分析を実施する際は、通常、空気中において10°C/分程度の昇温速度で室温から1,000°Cまで樹脂成形体を加熱し、その間の重量変化を調べる。加熱後の樹脂材料が炭素を残さない場合、熱重量分析時における樹脂成形体の加熱は、窒素等の不活性ガス中で実施することもできる。

【0065】図1に、15重量%の炭素繊維と15重量%の非導電性無機物とを含む、表面抵抗が $1.4 \times 10^3 \Omega/\square$ のポリスルホン樹脂（加熱処理後に炭素を残す樹脂）からなる樹脂成形体についての熱重量分析結果を示す。なお、非導電性無機物は、隠蔽材として用いられる酸化チタンを含む、数種類の無機物の混合物である。図1に%で表示された数値は、変曲点間の重量減少を示している。図において、637.6～763.5°Cの範囲で14.4%の重量減少が認められ、これは樹脂成形体に含まれる炭素繊維の量と略一致していることがわかる。また、800°Cでの残留分は約15%であり、これは樹脂成形体に含まれる非導電性無機物の量と略一致していることがわかる。このような熱重量分析結果により、分析対象である樹脂成形体は、約15重量%の炭素材料系導電性フィラーと、約15重量%の非導電性無機物とを含むことがわかる。

【0066】因みに、549.5～637.6°Cの範囲における29.5%の重量減少は、樹脂成形体を構成するポリスルホン樹脂の炭化によるものであり、燃焼速度が炭素繊維や他の炭素材料系の導電性フィラーに比べて著しく速いため、導電性フィラーである炭素繊維に起因するものでないことが容易に判別できる。

【0067】なお、樹脂成形体に含まれる導電性フィラーが金属材料系のものである場合は、その導電性フィラーの酸化による重量増加が観測されることになる。したがって、熱重量分析結果において重量増加が認められた場合は、樹脂成形体が金属材料系の導電性フィラーを含んでいるものと推測することができる。

【0068】この方法では、熱重量分析に代えてECA（エレクトロスペクトロスコピーフォーケミカルアナリシス）やEPMA（エレクトロンプローブマイクロアナライザ）を用いた分析を実施して樹脂成形体中に含まれる導電性フィラーの種類や量を推測する手法も同様に採用することができる。

【0069】（方法2）樹脂成形体を、それを構成する樹脂材料の軟化点またはそれ以上に加熱処理した後に室温まで冷却し、その後、当該樹脂成形体について表面抵抗を測定する。本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、このような加熱処理により絶縁破壊部分が治癒され、加熱

処理後の表面抵抗が加熱処理する前の表面抵抗に比べて大きくなる。より具体的には、本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、通常、加熱処理後の表面抵抗が加熱処理する前の表面抵抗の100倍以上になる。これに対し、本発明のものとは異なる樹脂成形体、すなわち、電圧の印加処理の履歴が無い樹脂成形体は、絶縁破壊部分を有していないため、上述のような加熱処理を施しても、表面抵抗が増加し難い。

【0070】なお、上述のようにして加熱処理された後に室温まで冷却された本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、その後、既述の条件でさらに電圧の印加処理を施すと、表面抵抗が当該電圧の印加処理前の1/100以下になり得る。

【0071】（方法3）樹脂成形体をアセトンや水で十分洗浄し、洗浄の前後の表面抵抗を比較する。本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、表面抵抗が洗浄の前後で変化しにくいが、他の樹脂成形体、特に、界面活性剤を用いて導電性が付与された樹脂成形体は、洗浄後の表面抵抗が著しく高くなる。したがって、樹脂成形体の洗浄前後の表面抵抗を測定することにより、樹脂成形体が本発明の被静電塗装用樹脂成形体であるか否かを判別することができる。

【0072】

【実施例】実施例1

平均繊維径が $13 \mu\text{m}$ でありかつ平均アスペクト比が54のピッチ系炭素短繊維（株式会社ドナックの商品名“ドナカーボS244”）からなる、フィラーラー群電気抵抗値が $1.03 \Omega \cdot \text{cm}^2$ の繊維群（導電性フィラー）を用意した。

【0073】次に、樹脂材料であるアクリロニトリル-ブタジエン-スチレン共重合体樹脂（東レ株式会社の商品名“トヨラック100”）に対して上述の繊維群をフィーダーを用いて供給して混合し、繊維群を含む樹脂材料からなるペレット（成形材料）を調製した。なお、繊維群の混合割合は、ペレットの重量の11重量%になるよう設定した。

【0074】このペレットを、樹脂温度240°C、射出圧力 $1,200 \text{ kg/cm}^2$ および金型温度60°Cの条件で住友重機械工業株式会社製のPROMAT射出成形機を用いて成形し、直径50mm、厚さ3mmの円板、すなわち樹脂成形体を得た。得られた円板の表面に銀ペーストを用いて一对の電極を形成し、当該電極間の電気抵抗を測定して円板の表面抵抗（ Ω/\square ）を求めたところ、 $4 \times 10^{11} \Omega/\square$ であった。なお、以下、「表面抵抗」と言う場合は、このようにして測定した抵抗を言うものとする。

【0075】また、円板中におけるピッチ系炭素短繊維の平均残存アスペクト比は、22であった。因みに、この平均残存アスペクト比は、円板をアセトンとトルエンの順に溶解してピッチ系炭素短繊維を分離し、そのうち

の400本の平均長さと平均径とを光学顕微鏡で測定して算出したものである。

【0076】次に、接地された金属プレート上に得られた円板を載置し、当該円板の上方に多数の針状電極からなる電極群を配置した。ここで、プレートと電極群との間隔は20mmに設定し、電極群が円板に直接触れないようにした。そして、電極群に対し、30kVの交流電圧を10秒間印加した。このようにして電圧の印加処理が施された円板（本発明に係る被静電塗装用樹脂成形体）の表面抵抗は $3.0 \times 10^6 \Omega/\square$ であり、電圧の印加処理前に比べて大幅に低下しており、静電塗装に適していることが確認された。

【0077】実施例2

繊維群を、平均繊維径が $12 \mu\text{m}$ でありかつ平均アスペクト比が250の等方性ピッチ系炭素短繊維（大阪瓦斯株式会社の商品名“Xylus GC03J401”）からなる、フィラー群電気抵抗値が $0.08 \Omega \text{cm}$ のものに変更し、また、その混合割合を10重量%に変更した点を除き、実施例1の場合と同様の成形過程を経て円板を得た。得られた円板の表面抵抗は $3.4 \times 10^{11} \Omega/\square$ であった。また、円板中における等方性ピッチ系炭素短繊維の平均残存アスペクト比は、23であった。この平均残存アスペクト比は、実施例1の場合と同様にして算出したものである。

【0078】次に、得られた円板に対して実施例1の場合と同様にして電圧の印加処理を施し、その後再度表面抵抗を測定したところ、 $4.5 \times 10^6 \Omega/\square$ に低下しており、静電塗装に適していることが確認された。

【0079】実施例3

繊維群を、平均繊維径が $12 \mu\text{m}$ でありかつ平均アスペクト比が250のピッチ系炭素短繊維（大阪瓦斯株式会社の商品名“Xylus GC03J431”）からなる、フィラー群電気抵抗値が $0.08 \Omega \text{cm}$ のものに変更し、また、その混合割合を10重量%に変更し、さらに、樹脂材料をポリフェニレンオキサイド樹脂（日本ゼンラルエレクトリック株式会社の商品名“ノリルPPO 534”）に変更して、実施例1の場合と同様の成形過程を経て円板を得た。得られた円板の表面抵抗は $2.4 \times 10^{11} \Omega/\square$ であった。また、円板中におけるピッチ系炭素短繊維の平均残存アスペクト比は、18であった。この平均残存アスペクト比は、溶媒としてジクロロメタンを用いた点を除き、実施例1の場合と同様にして算出したものである。

【0080】この円板に対して実施例1の場合と同様にして電圧の印加処理を施し、その後再度表面抵抗を測定したところ、 $7.6 \times 10^6 \Omega/\square$ に低下しており、静電塗装に適していることが確認された。なお、参考のため、この実施例で得られた円板に対する電圧の印加処理時間を40秒に延長したところ、表面抵抗は $2.4 \times 10^6 \Omega/\square$ であり、電圧の印加処理時間を延長しても表

面抵抗は減少し難いことが分かった。

【0081】実施例4

樹脂材料であるポリフェニレンオキサイド樹脂（日本ゼンラルエレクトリック株式会社の商品名“ノリルPPO 534”）に対し、平均繊維径が $7 \mu\text{m}$ でありかつ平均アスペクト比が857のポリアクリロニトリル系炭素短繊維（三菱レーション株式会社の商品名“バイロフィル”）からなる、フィラー群電気抵抗値が $0.06 \Omega \text{cm}$ の繊維群を実施例1の場合と同様にして混合し、繊維群の混合割合が異なる数種類のペレットを得た。なお、繊維群の混合割合は、ペレットの重量の6～12重量%の範囲内で設定した。

【0082】得られた数種類のペレットから実施例1の場合と同様の成形過程を経て数種類の円板を製造し、それらの表面抵抗を測定した結果を図2に示す。また、繊維群の混合割合が6～9重量%の範囲に設定された各円板に対して実施例1の場合と同様に電圧の印加処理を施し、その後の表面抵抗を測定した結果を併せて図2に示す。

【0083】図2から、電圧の印加処理が施された円板は、それに比べて繊維群の含有量が数重量%多い、電圧の印加処理が施されていない円板と同等の表面抵抗を示すことが分かる。これより、電圧の印加処理を施された円板は、繊維群の添加量を抑制してコスト低減を図りながら、当該繊維群の添加量では通常達成できない、静電塗装に適した表面抵抗を実現できることが分かる。因みに、この実施例で得られた各円板中におけるポリアクリロニトリル系炭素短繊維の平均残存アスペクト比は、概ね30～43の範囲であった。この平均残存アスペクト比は、溶媒としてジクロロメタンを用いた点を除き、実施例1の場合と同様にして算出したものである。

【0084】実施例5

実施例4において繊維群の混合割合が6重量%に設定されたペレットを用いて形成された円板について、プレートと電極群との間隔を40mmに変更した点、および、電極群に対してその極性がプラスになるよう50kVの直流電圧を10秒間印加した点を除いて実施例1の場合と同様に電圧の印加処理を施し、その後の表面抵抗を測定したところ、 $6.0 \times 10^{12} \Omega/\square$ であった。

【0085】また、この円板について熱重量分析を実施した結果を図3に示す。この熱重量分析結果は、熱重量分析器としてセイコーインスツルメント株式会社の商品名“TG/DTA32”を用い、分析条件を測定温度範囲=20～1,000°C、昇温速度=10°C/分および空気流量=200.0ml/minにそれぞれ設定して得られたものであり、そこに%で表示された数値は重量の残存率である。この熱重量分析結果は、円板中の繊維群重量が5.8重量%であることを示しており、この値は、円板を製造する際に用いた繊維群の混合割合と概ね一致している。

[0086] 実施例6

繊維群を、平均繊維径が $12\text{ }\mu\text{m}$ でありかつ平均アスペクト比が250の等方性ピッチ系炭素短繊維（大阪瓦斯株式会社の商品名“Xylus GC03J401”）からなる、フィラー群電気抵抗値が $0.08\Omega\text{ cm}$ のものに変更した点、および当該繊維群の混合割合を8~13重量%の範囲に設定した点を除いて実施例4の場合と同様に円板を製造し、その円板について実施例4と同じ条件で電圧の印加処理を実施する前後の表面抵抗を調べた。結果を図4に示す。図4から、電圧の印加処理が施された円板は、それに比べて繊維群の含有量が数重量%多い、電圧の印加処理が施されていない円板と同等の表面抵抗を示すことが分かる。これより、電圧の印加処理を施された円板は、繊維群の添加量を抑制してコスト低減を図りながら、当該繊維群の添加量では通常達成できない、静電塗装に適した表面抵抗を実現できることが分かる。因みに、この実施例で得られた各円板中における等方性ピッチ系炭素短繊維の平均残存アスペクト比は、概ね18~25の範囲であった。この平均残存アスペクト比は、実施例4の場合と同様にして算出したものである。

[0087] 実施例7~11

樹脂材料であるポリプロピレン樹脂（日本ポリケム株式会社の商品名“ノバテックBC3B”）に対し、平均繊維径が $7\text{ }\mu\text{m}$ でありかつ平均アスペクト比が857のポリアクリロニトリル系炭素短繊維（三菱レーヨン株式会社の商品名“バイロフィル”）からなる、フィラー群電

* 気抵抗値が $0.06\Omega\text{ cm}$ の繊維群を実施例1の場合と同様にして混合し、ペレットを得た。なお、繊維群の混合割合は、ペレットの重量に対して表1に示す通りになるよう設定した。

[0088] 得られたペレットから実施例1の場合と同様の成形過程を経て円板を製造し、その表面抵抗を測定した。また、この円板中におけるポリアクリロニトリル系炭素短繊維の平均残存アスペクト比を、溶媒としてデカリンを用いた点を除き、実施例1の場合と同様にして算出した。さらに、得られた円板に対して実施例1の場合と同様に電圧の印加処理を施し、その後の表面抵抗を測定した。結果を表1に示す。

[0089] また、電圧の印加処理前の円板について熱重量分析を実施した結果を図5~図9に示す。この熱重量分析結果は、熱重量分析器としてセイコーインスツルメント株式会社の商品名“TG/DTA32”を用い、分析条件を測定温度範囲=20~1,000°C、昇温速度=10°C/分および空気流量=200.0ml/分にそれぞれ設定して得られたものであり、そこに%で表示された数値は重量の残存率である。なお、実施例と図との対応関係および熱重量分析結果から得られた円板中の繊維群重量は、表1に示す通りである。この熱重量分析結果は、円板を製造する際に用いた繊維群の混合割合と概ね一致していることが分かる。

[0090]

【表1】

表 1

実施例	繊維群の混合割合 (重量%)	表面抵抗 (Ω/\square)		平均残存 アスペクト 比	熱分析結果	
		印加処理前	印加処理後		対応図	繊維群量 (重量%)
7	6	4×10^{14}	4×10^6	51	図5	6.1
8	7	8×10^{13}	7×10^6	46	図6	6.9
9	8	7×10^{13}	2×10^6	40	図7	7.8
10	9	4×10^5	3×10^4	50	図8	8.7
11	10	2×10^4	2×10^4	45	図9	10.0

[0091] 実施例12

実施例7において得られた円板について、プレートと電極群との間隔を40mmに変更した点、および、電極群に対してその極性がプラスになるよう50kVの直流電

圧を10秒間印加した点を除いて実施例1の場合と同様に電圧の印加処理を施し、その後の表面抵抗を測定したところ、 $2.0 \times 10^7 \Omega/\square$ であり、静電塗装に略適していることが判った。

【0092】実施例13

実施例8において得られた円板について、実施例12の場合と同様に電圧の印加処理を施し、その後の表面抵抗を測定したところ、 $5.0 \times 10^6 \Omega/\square$ であり、静電塗装に適していることが判った。

【0093】実施例14

電極群の極性がマイナスになるよう設定した点を除いて実施例13の場合と同様に実施例8において得られた円板を印加処理したところ、印加処理後の表面抵抗は $4.3 \times 10^7 \Omega/\square$ であり、静電塗装に適していることが判った。

【0094】実施例15

平均繊維径が $13 \mu\text{m}$ 、平均アスペクト比が8.5および表面抵抗が $1.2 \Omega/\square$ のピッチ系炭素短繊維（株式会社ドナックの商品名“ドナカーボS249”）に対して無電解ニッケルメッキを施し、厚さが約 $0.2 \mu\text{m}$ のニッケルメッキ層を形成した。これにより、ニッケルメッキ層を有する炭素繊維からなる、フィラーラー群電気抵抗値が $0.09 \Omega \text{cm}$ の繊維群（導電性フィラー）を得た。

【0095】得られた繊維群と樹脂材料であるポリプロピレン樹脂（日本ポリケム株式会社の商品名“ノバテックBC3B”）とを用い、実施例1の場合と同様にして円板を製造した。なお、ペレット中における繊維群の含有量は、15重量%に設定した。得られたシート状物は、表面抵抗が $9.8 \times 10^{14} \Omega/\square$ であり、また、実施例1と同じ電圧印加処理後の表面抵抗が $4.8 \times 10^{10} \Omega/\square$ であって静電塗装に適していることが判った。

【0096】実施例16～23

樹脂材料であるポリプロピレン樹脂（日本ポリケム株式会社の商品名“ノバテックBC3B”）に対し、平均繊維径が $7 \mu\text{m}$ でありかつ平均アスペクト比が857のポリアクリロニトリル系炭素短繊維（三菱レーヨン株式会社の商品名“バイロフィル”）からなる、フィラーラー群電気抵抗値が $0.06 \Omega \text{cm}$ の繊維群を実施例1の場合と同様にして混合し、ペレットを得た。なお、繊維群の混合割合は、ペレット中において表2に示す通りになるよ

う設定した。

【0097】得られたペレットから実施例1の場合と同様の成形過程を経て円板を製造し、その表面抵抗を測定した。また、円板中におけるポリアクリロニトリル系炭素短繊維の平均残存アスペクト比を、溶媒としてデカリソを用いた点を除き、実施例1の場合と同様にして算出した。さらに、得られた円板に対して表2に示す条件で電圧の印加処理を施した後、その表面抵抗を測定した。表2に示す電圧の印加処理条件は下記の通りである。結果を表2に示す。

【0098】（電圧印加処理条件）

条件A：上下方向に延びる多数の針状電極からなる一対の電極群を 35 mm の間隔を設けて上下に配置し、下側の電極群を接地した。そして、下側の電極群上に円板を載置し、電極群間に $+30 \text{ kV}$ の直流電圧を30秒間印加した。

条件B：上下方向に延びる多数の針状電極からなる一対の電極群を 35 mm の間隔を設けて上下に配置し、下側の電極群を接地した。そして、下側の電極群上に円板を載置し、電極群間に -30 kV の直流電圧を30秒間印加した。

【0099】条件C：上下方向に延びる多数の針状電極からなる一対の電極群を 30 mm の間隔を設けて上下に配置し、下側の電極群を接地した。そして、下側の電極群側に円筒状の支持具を上下方向に数本配置し、当該支持具上に円板を水平に載置した。このようにして一対の電極群間に円板を水平に配置し、電極群間に $+50 \text{ kV}$ の直流電圧を30秒間印加した。

条件D：上下方向に延びる多数の針状電極からなる一対の電極群を 30 mm の間隔を設けて上下に配置し、下側の電極群を接地した。そして、下側の電極群側に円筒状の支持具を上下方向に数本配置し、当該支持具上に円板を水平に載置した。このようにして一対の電極群間に円板を水平に配置し、電極群間に -50 kV の直流電圧を30秒間印加した。

【0100】

【表2】

表2

実施例	繊維群の混合割合(重量%)	平均残存アスペクト比	電圧印加処理条件	表面抵抗(Ω/□)	
				電圧印加処理前	電圧印加処理後
16	5	50	A	10^{15}	1.7×10^6
17	5	50	B	10^{15}	4.9×10^{13}
18	5	50	C	10^{15}	3.4×10^6
19	6	51	C	4.0×10^{14}	4.3×10^6
20	7	46	C	8.0×10^{13}	9.6×10^4
21	5	50	D	10^{15}	9.9×10^{13}
22	6	51	D	4.0×10^{14}	1.7×10^6
23	7	46	D	8.0×10^{13}	7.0×10^6

【0101】実施例24～33

実施例1～3、5、8～9および12～15で得られた円板を、それを構成する樹脂材料の軟化点まで加熱処理した後に室温まで冷却した。そして、このようにして加*

* 热処理された円板の表面抵抗を測定した。結果を表3に示す。

【0102】

【表3】

表3

実施例	円板	表面抵抗	
		加熱処理前 (Ω/□)	加熱処理後 (Ω/□)
24	実施例1	3.0×10^6	10^{14}
25	実施例2	4.5×10^6	10^{14}
26	実施例3	7.6×10^6	10^{14}
27	実施例5	6.0×10^{12}	10^{14}
28	実施例8	7.2×10^6	10^{14}
29	実施例9	2.1×10^5	10^{13}
30	実施例12	2.0×10^7	10^{13}
31	実施例13	5.0×10^6	10^{13}
32	実施例14	4.3×10^7	10^{13}
33	実施例15	4.8×10^{10}	10^{14}

【0103】実施例34

(導電性フィラーの調製) フェノール樹脂(固形分が58重量%のレゾール樹脂:住友ベークライト株式会社の商品名“スミライトレジン PR53717”)にアセ

トンとメタノールとを2:1の割合で混合した混合溶媒を添加し、フェノール樹脂の濃度が5重量%の樹脂溶液を得た。

【0104】得られた樹脂溶液中に平均アスペクト比が

600のストランド状の綿を浸漬した後に取り出し、乾燥後のフェノール樹脂含浸量が固形分換算で2重量%になるよう絞り機にかけて樹脂溶液量を調整した。

【0105】次に、樹脂溶液が含浸された綿を、190°Cに設定されたプレス機を用いて100 kg/cm²の圧力で5分間加圧成形し、綿の嵩密度が0.4 g/ccでありかつ大きさが300 mm × 300 mm × 3 mmの板状の成形体を得た。続けて、この成形体を炭化炉内に入れ、窒素雰囲気下において、室温～230°Cの間を6.6°C/分、230～350°Cの間を1°C/分、350～470°Cの間を2°C/分、470～1,000°Cの間を5°C/分の割合で昇温させながら徐々に加熱し、最終温度である1,000°Cで2時間さらに加熱処理して炭化させた。この際の炭化収率は22.5重量%であった。炭化後の成形体を3 mm角に切断し、第1の導電性フィラーを得た。この第1の導電性フィラーのフィラーフィルム電気抵抗値は0.8 Ω cmであった。

【0106】(被静電塗装用樹脂成形体の製造)樹脂材料であるポリフェニレンオキサイド樹脂(日本ゼネラルエレクトリック株式会社の商品名“ノリル0534”)に対して上述の第1の導電性フィラーと、平均纖維径が12 μmでありかつ平均アスペクト比が250の等方性ピッチ系炭素短纖維(大阪瓦斯株式会社の商品名“Xylus GC03J401”)の群からなる第2の導電性フィラー(フィラーフィルム電気抵抗値=0.08 Ω cm)とを混合し、成形材料を得た。ここでは、ポリフェニレンオキサイド樹脂中において第1の導電性フィラーおよび第2の導電性フィラーがそれぞれ4重量%および6重量%含まれるように設定した。なお、ポリフェニレンオキサイド樹脂に対する第1および第2の導電性フィラーの供給は、2台の定量フィーダーを用い、各定量フィーダーから第1および第2の導電性フィラーを別個にポリフェニレンオキサイド樹脂に対して供給した。

【0107】得られた成形材料をペレット状に成形し、このペレットを、樹脂温度300°C、射出圧力1,800 kg/cm²および金型温度150°Cの条件で住友重機械工業株式会社製のPROMAT射出成形機を用いて成形し、直径50 mm、厚さ3 mmの円板、すなわち実施例1の場合と同様の樹脂成形体を得た。得られた円板について、実施例1の場合と同様に表面抵抗を測定したところ、9.1 × 10¹¹ Ω/□であった。また、円板中における第1の導電性フィラーおよび第2の導電性フィラーの平均残存アスペクト比は、それぞれ1.4および2.4であった。この平均残存アスペクト比は、溶媒としてジクロロメタンを用いた点を除き、実施例1の場合と同様にして算出したものである。

【0108】次に、得られた円板に対して実施例1の場合と同様にして電圧の印加処理を施し、その後再度表面抵抗を測定したところ、4.9 × 10⁸ Ω/□に低下していることが確認され、静電塗装に適していることが判

った。

【0109】実施例35

ポリフェニレンオキサイド樹脂中に含まれる第1の導電性フィラーおよび第2の導電性フィラーの量をそれぞれ5重量%および5重量%に変更した点を除いて実施例34の場合と同様に円板を得た。この円板の表面抵抗を測定したところ、5.3 × 10¹⁴ Ω/□であった。また、円板中における第1の導電性フィラーおよび第2の導電性フィラーの平均残存アスペクト比は、それぞれ1.4および2.4であった。この平均残存アスペクト比は、実施例34の場合と同様にして算出したものである。さらに、この円板に対して実施例34の場合と同様に電圧の印加処理を施したところ、表面抵抗は5.8 × 10⁷ Ω/□に低下していることが確認され、静電塗装に適していることが判った。

【0110】

【発明の効果】本発明の被静電塗装用樹脂成形体は、導電性フィラーを含む、樹脂材料からなるマトリックスに対して電圧の印加処理を施したものであるため、同量の導電性フィラーを含む他の樹脂成形体に比べて高い導電性、特に、小さな表面抵抗を示し得る。したがって、この被静電塗装用樹脂成形体は、導電性フィラーの含有量を抑制しながら静電塗装に適した表面抵抗を達成することができるので、強度等の特性を損なうことなく安価に提供することができ、また、導電性プライマーによる前処理を経ずに直接静電塗装を適用することができる。

【0111】本発明の他の見地に係る被静電塗装用樹脂成形体は、同量の導電性フィラーを含む他の樹脂成形体に比べて表面抵抗が小さく、高い導電性を示し得る。したがって、この被静電塗装用樹脂成形体は、導電性フィラーの含有量を抑制しながら静電塗装に適した表面抵抗を達成することができるので、強度等の特性を損なうことなく安価に提供することができ、また、導電性プライマーによる前処理を経ずに直接静電塗装を適用することができる。

【0112】本発明に係る被静電塗装用樹脂成形体の製造方法は、樹脂材料と導電性フィラーとを含みかつ成形された成形材料に対して電圧を印加しているため、導電性フィラーの使用量を抑制しながら高い導電性、特に、小さな表面抵抗を示す被静電塗装用樹脂成形体を製造することができる。したがって、この製造方法によれば、強度等の特性を損なうことなく、導電性プライマーによる前処理を経ずに直接静電塗装を適用できる樹脂成形体を安価に提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】樹脂成形体の一例について実施した熱重量分析の結果を示す図。

【図2】実施例4で得られた円板について、纖維群の含有量と表面抵抗との関係を電圧印加処理前後のそれについて示したグラフ。

【図3】実施例5で用いた円板の熱重量分析結果を示す図。

【図4】実施例6で得られた円板について、繊維群の含有量と表面抵抗との関係を電圧印加処理前後のそれについて示したグラフ。

【図5】実施例7で得られた円板の熱重量分析結果を示す図。

【図6】実施例8で得られた円板の熱重量分析結果を示す図。

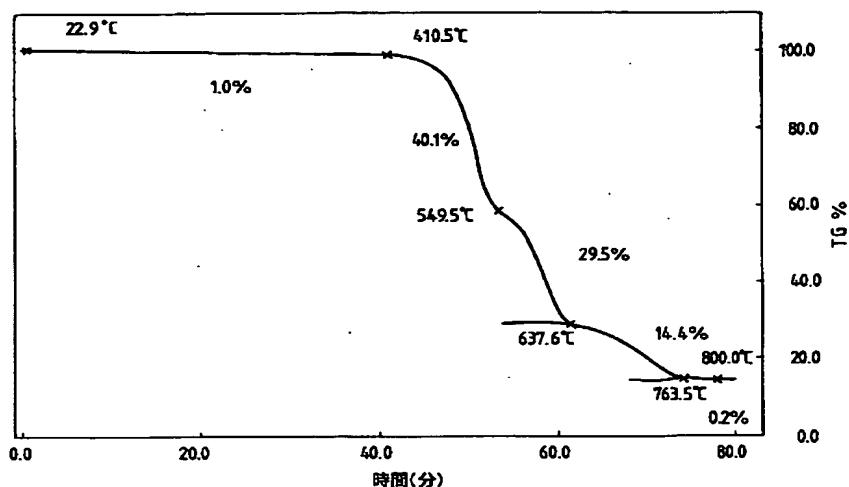
* す図。

【図7】実施例9で得られた円板の熱重量分析結果を示す図。

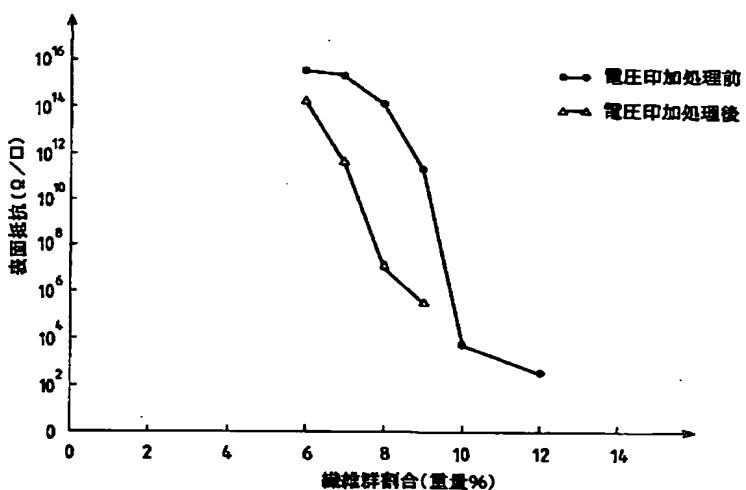
【図8】実施例10で得られた円板の熱重量分析結果を示す図。

【図9】実施例11で得られた円板の熱重量分析結果を示す図。

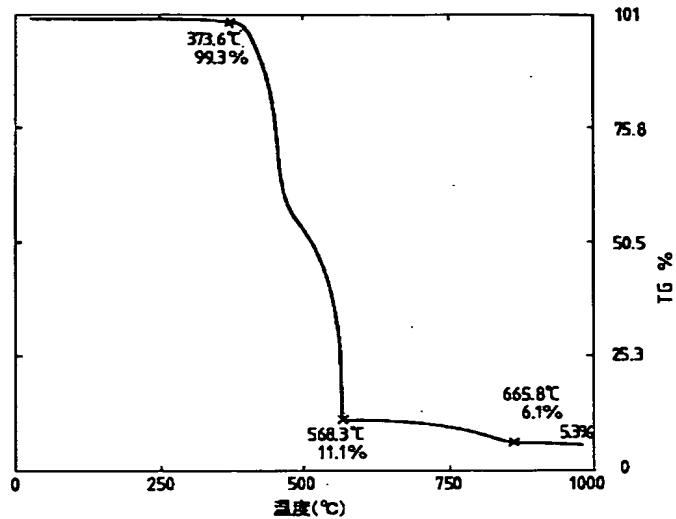
【図1】



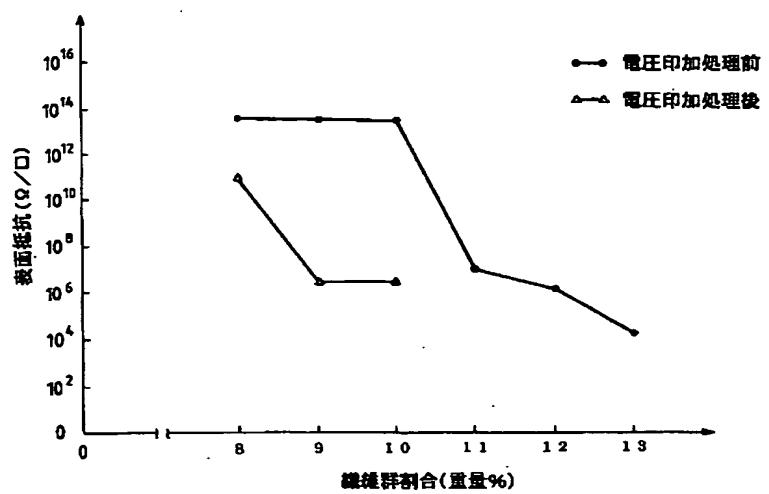
【図2】



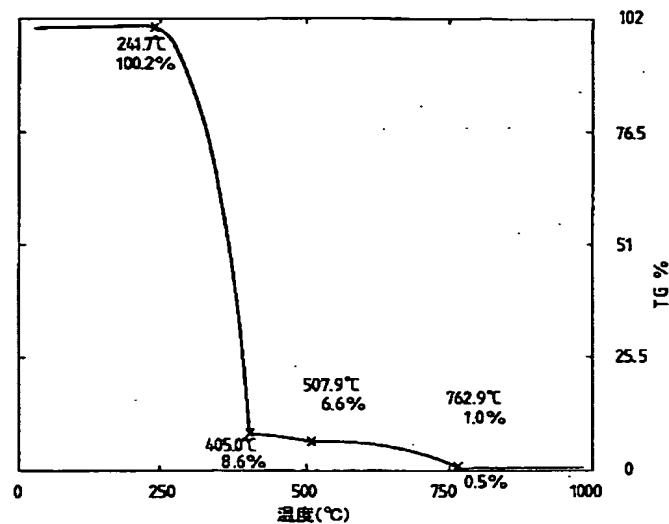
【図3】



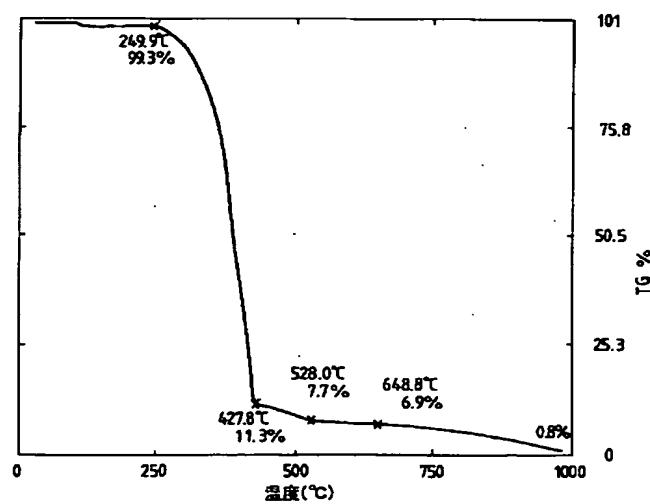
【図4】



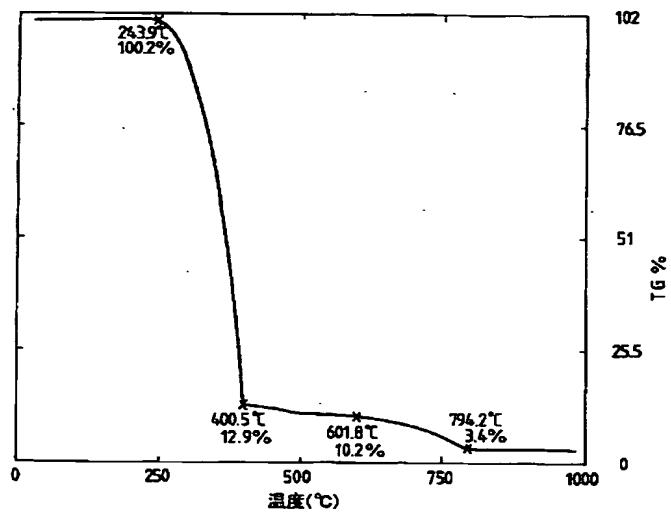
【図5】



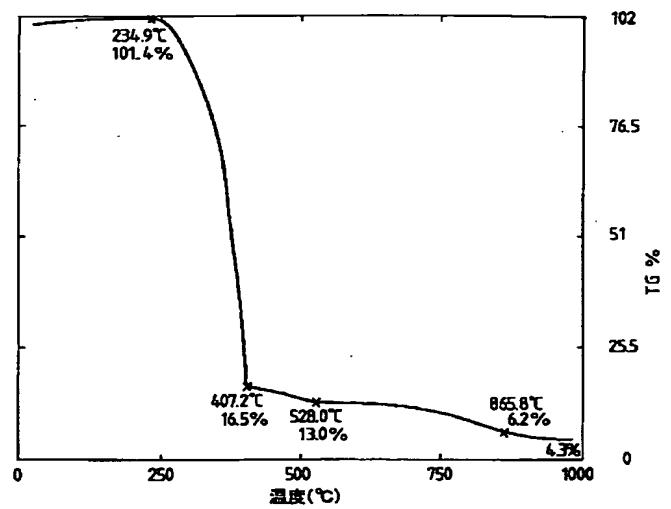
【図6】



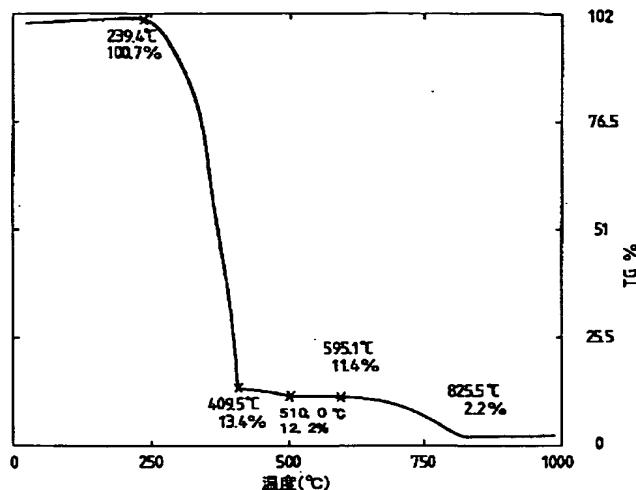
【図7】



【図8】



【図9】



フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁷
C 08 L 101/00
// B 29 K 105:06

識別記号

F I
C 08 L 101/00
B 29 K 105:06

テーマコード(参考)

F ターム(参考) 4D075 AA09 DB31 DB64
4F072 AA05 AA07 AA08 AA09 AD04
AD05 AD16 AD42 AD52 AK15
AL02
4F073 AA04 BA08 BA18 BA19 BA20
BA21 BA27 BB02 BB09
4F201 AA13 AA32 AB11 AB13 AB18
AB25 AH24 BA07 BC01 BC02
BC12 BC15 BC37 BR02 BR06
BR34
4J002 BB031 BB121 BB201 BC031
BC071 BD141 BD151 BE041
BG001 BN151 CB001 CC031
CD001 CF061 CF071 CF211
CG001 CH071 CH091 CK021
CL011 CL031 CM041 CN011
CN031 DA016 DA026 DA036
DA076 DA086 DA096 DE096
FA016 FA046 FB076 FB266
FB296 FD116 GH01 GN00